

⑯

Int. Cl. 2:

⑯ BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

C 09 B 29/08

C 09 B 29/36

DE 27 48 978 A 1

⑯

Offenlegungsschrift 27 48 978

⑯

Aktenzeichen: P 27 48 978.7

⑯

Anmeldetag: 2. 11. 77

⑯

Offenlegungstag: 3. 5. 79

⑯

Unionspriorität:

⑯ ⑯ ⑯

⑯

Bezeichnung: Azofarbstoffe

⑯

Anmelder: BASF AG, 6700 Ludwigshafen

⑯

Erfinder: Dimmler, Manfred, Dipl.-Chem. Dr., 6701 Dannstadt;
Eilingsfeld, Heinz, Dipl.-Chem. Dr., 6710 Frankenthal;
Hansen, Günter, Dipl.-Chem. Dr., 6700 Ludwigshafen;
Kermer, Wolf-Dieter, Dipl.-Chem. Dr., 6701 Fussgönheim

DE 27 48 978 A 1

● 4.79 909 818/550

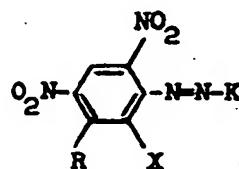
14/80

BEST AVAILABLE COPY

6700 Ludwigshafen, 28.10.1977

Patentansprüche

1. Azofarbstoffe der allgemeinen Formel



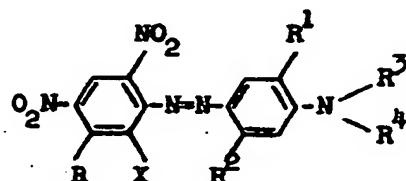
in der

K den Rest einer Kupplungskomponente,

R gegebenenfalls durch Chlor, Brom, Methyl, Methoxy, Äthoxy, Nitro oder Hydroxysulfonyl substituiertes Phenylmercapto oder Phenylsulfonyl und

X Wasserstoff, Chlor, Brom oder Cyan bedeuten.

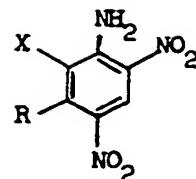
2. Farbstoffgemäß Anspruch 1 der Formel



in der

R bis R⁴ und X die angegebenen Bedeutungen haben.3. Verfahren zur Herstellung von Farbstoffen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Diazoniumverbindung von Aminen der Formel

2748978



mit einer Kupplungskomponente der Formel

H-K

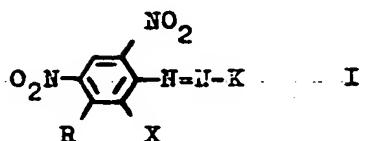
umsetzt.

4. Die Verwendung der Verbindungen gemäß Anspruch 1 zum Färben von Textilmaterial aus natürlichen und synthetischen Fasern, insbesondere aus Polyester.

909818/0550

Azofarbstoffe

Die Erfindung betrifft Verbindungen der allgemeinen Formel I



in der

K den Rest einer Kupplungskomponente,

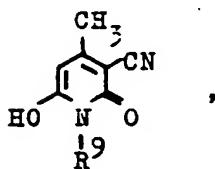
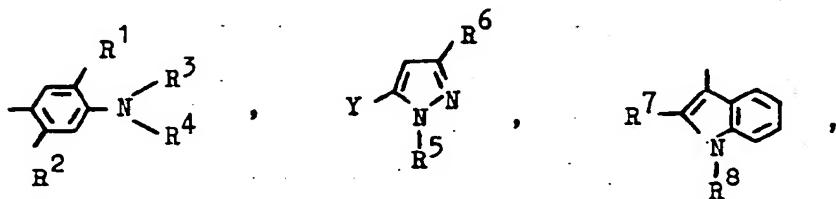
R gegebenenfalls durch Chlor, Brom, Methyl, Methoxy, Äthoxy, Nitro oder Hydroxysulfonyl substituiertes Phenylmercapto oder Phenylsulfonyl und

X Wasserstoff, Chlor, Brom oder Cyan bedeuten.

Die Reste K der Kupplungskomponente entstammen vorwiegend der Anilin-, Aminonaphthalin-, Pyrazolon-, Pyrazol-, Indol-, Chinolin-, Phenol-, Naphthol-, Pyridon-, Pyridin-, Barbitursäure-, Pyrimidin- oder Acetoacetylridreihe, ferner kommen Verbindungen wie Cyanmethylbenzimidazol,

Cyanmethylbenzthiazol, Cyanmethylphenylthiadiazol-1,3,4 und Trimethylindolenine in Betracht.

Vorzugsweise entsprechen die Kupplungskomponenten den Formeln:



wobei

R¹ Wasserstoff, Methyl, Methoxy oder Äthoxy,
R² Wasserstoff, Methyl, Methoxy, Chlor oder C₁- bis C₄-Alkanoylamino,
R³ Wasserstoff, gegebenenfalls durch Chlor, Brom, Hydroxy, C₁- bis C₄-Alkoxy, Cyan, Carboxy, C₁- bis C₄-Alkanoyloxy, C₁- bis C₄-Alkoxy-carbonyl, C₁- bis C₄-Alkanoylamino, C₁- bis C₄-Alkylaminocarbonyloxy, Phenylaminocarbonyloxy oder C₁- bis C₄-Alkoxycarbonyloxy substituiertes C₁- bis C₄-Alkyl, Allyl, Benzyl, Phenyläthyl, Cyclohexyl, Phenyl oder Propargyl,
R⁴ gegebenenfalls durch Chlor, Brom, Hydroxy, C₁- bis C₄-Alkoxy, Cyan, Carboxy, C₁- bis C₄-Alkanoyloxy, C₁- bis C₄-Alkoxy-carbonyl, C₁- bis C₄-Alkanoylamino, C₁- bis C₄-Alkylaminocarbonyloxy, Phenylaminocarbonyloxy oder C₁- bis C₄-Alkoxycarbonyloxy substituiertes C₁-

2748978

C_4 -Alkyl, Allyl oder Propargyl,

R^5 Wasserstoff, C_1 - bis C_8 -Alkyl, Benzyl, Cyclohexyl oder Phenyl,

R^6 Wasserstoff oder Methyl,

R^7 Wasserstoff, Methyl oder Phenyl,

R^8 Wasserstoff, Methyl oder 2-Cyanäthyl,

R^9 Wasserstoff oder gegebenenfalls durch Hydroxy oder C_1 - bis C_4 -Alkoxy substituiertes C_1 - bis C_8 -Alkyl und

γ Hydroxy oder Amino bedeuten.

Einzelne Reste R^3 und R^4 sind neben den bereits genannten beispielsweise:

Methyl, Äthyl, Propyl, Butyl, 2-Hydroxyäthyl, 2-Cyanäthyl, 2-Chloräthyl,
ferner

$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OCOCH}_3$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OCOC}_2\text{H}_5$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\underset{\text{||}}{\text{C}}}-\text{NH}-\text{CH}_3$,

$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\underset{\text{||}}{\text{C}}}-\text{NH}-\text{C}_4\text{H}_9$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\underset{\text{||}}{\text{C}}}-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_5$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\underset{\text{||}}{\text{C}}}-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_5$,

$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\underset{\text{||}}{\text{C}}}-\text{OCH}_3$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\underset{\text{||}}{\text{C}}}-\text{OC}_4\text{H}_9$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{COCH}_3$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Br}$,

$-\text{CH}_2-\overset{\text{OH}}{\underset{\text{OH}}{\text{CH}}}-\text{CH}_2\text{OH}$, $-\text{CH}_2-\overset{\text{OH}}{\underset{\text{OH}}{\text{CH}}}-\text{CH}_2\text{Cl}$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCOCH}_3$, oder $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCOOC}_2\text{H}_5$.

Alkylreste R^5 und R^9 sind beispielsweise:

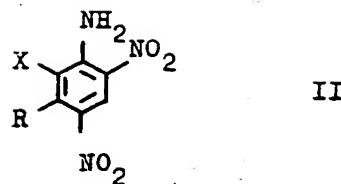
Methyl, Äthyl, Propyl, Butyl, 2-Äthylhexyl.

Zur Herstellung der Verbindungen der Formel I kann man eine Diazonium-verbindung von Aminen der Formel II

-6-

909818 / 0550

2748978

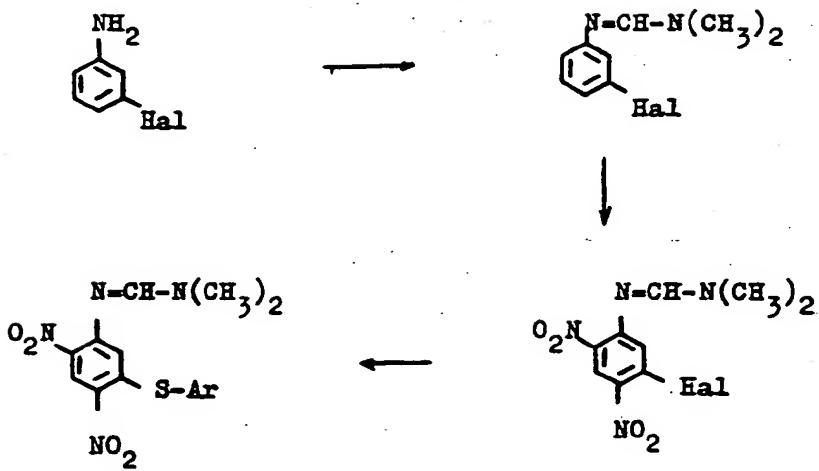


mit Kupplungskomponenten der Formel

H-K III

umsetzen.

Verbindungen der Formel II lassen sich z. B. auf folgendem Wege herstellen:



2748978

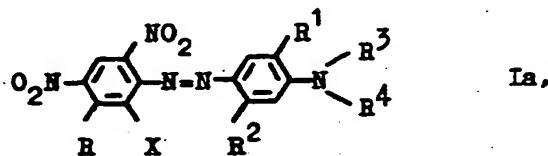
Die Mercaptoverbindung kann nach bekannten Methoden zum Sulfon oxidiert werden.

Hal bedeutet Chlor oder Brom und Ar wie oben angegeben substituiertes Phenyl.

Der Rest X kann ebenfalls nach bekannten Methoden eingeführt werden.

Einzelheiten der Herstellung können dem Beispielteil entnommen werden, in dem sich Angaben über Teile und Prozente, sofern nicht anders vermerkt, auf das Gewicht beziehen.

Verbindungen der Formel I eignen sich zum Färben und Bedrucken von Textilmaterial, insbesondere von Polyestern, wenn sie keine wasserlöslich-machenden Gruppen enthalten. Man erhält gelbe bis blaue Färbungen mit guten Echtheiten. Viele der Farbstoffe sind auch für das in der deutschen Patentschrift 1 811 796 beschriebene Verfahren geeignet. Von besonderer Bedeutung sind Verbindungen der Formel Ia



in der R bis R⁴ und X die angegebenen Bedeutungen haben.

Bevorzugt sind dabei für

R C₆H₅S und C₆H₅SO₂

R¹ H, OCH₃ und OC₂H₅

909818/0550

2748978

R² H, Cl, CH₃, NHCOCH₂H₅ oder NHCOCH₃

R³ C₂H₅, C₂H₄CN, C₂H₄OCOCH₃, C₂H₄OCOC₂H₅, -CH₂-CH=CH₂,

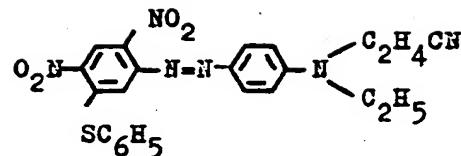
R⁴ C₂H₅, CH₂-CH=CH₂, CH₂-CH₂OCOCH₃, CH₂-CH₂-OCOC₂H₅, CH₂-CH₂-COCH₃,
und

X H, Cl und Br.

909818/0550

2748978

Beispiel 1



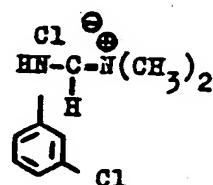
14,6 Teile 5-Phenylthio-2,4-dinitroaniline werden bei Raumtemperatur in 100 Teile Eisessig/Propionsäure (17 : 3) eingetragen, bei 5 bis 10°C langsam mit 15,0 Teilen 45 %iger Nitrosylschwefelsäure versetzt und bei 0 bis 5°C 4 Stunden nachgerührt.

Die erhaltene Diazolösung wird zur Lösung von 9,0 Teilen 8-Cyanäthyläthyl-anilin in 50,0 Teilen Wasser und 20,0 Teilen 32 %iger Salzsäure getropft, der zuvor 1,0 Teile Harnstoff sowie 500,0 Teile Eis zugegeben wurden.

Der über Nacht ausgekuppelte Farbstoff wird abgesaugt, mit Wasser neutral gewaschen und getrocknet. Man erhält 20 Teile eines dunklen Pulvers, das auf Polyester in blaustichigroten Tönen von guten Echtheiten aufzieht.

Die obige Diazokomponente erhält man auf folgendem Wege:

N,N-Dimethyl-N'-(3-chlor-phenyl)-formamidiniumchlorid

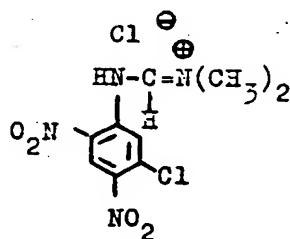


909818/0550

2748978

In 1 000 Teilen Toluol werden bei Raumtemperatur 243,5 Teile N,N-Dimethylformamid und 243,5 Teile Thionylchlorid zusammengegeben und 1/2 Stunde verrührt. Danach werden 174,4 Teile 3-Chloranilin in 45 Minuten zugetropft, wobei die Temperatur auf 46°C ansteigt. Nach Zugabe des 3-Chloranilins wird langsam auf 70°C erhitzt und 2 Stunden bei 70 bis 75°C gehalten. Danach wird abgekühlt, wobei das Formamidiniumsalz ausfällt. Das Produkt wird abgesaugt, mit Äther gewaschen und bei 40°C unter verminderter Druck getrocknet. Die Ausbeute beträgt 312 Teile, der Schmelzpunkt des Formamidiniumsalzes liegt bei 235 bis 236°C.

N,N-Dimethyl-N'-(5-chlor-2,4-dinitro-phenyl)-formamidin

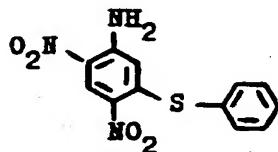


624 Teile konz. Schwefelsäure werden bei 0 - 10 °C mit 504 Teilen Salpetersäure gemischt. Danach werden bei 0 - 20 °C 175,2 Teile N,N-Dimethyl-N'-(3-chlor-phenyl)-formamidiniumchlorid eingetragen, es wird 10 Stunden bei Raumtemperatur gerührt und unter starkem Rühren auf Sodalösung gegossen. Das gelbe Produkt wird abgesaugt, mit Methanol ausgerührt und getrocknet. Man erhält 237 Teile des Formamidins mit einem Schmelzpunkt von 156 - 159 °C.

909818/0550

2748978

2,4-Dinitro-5-(thiophenyl)-anilin



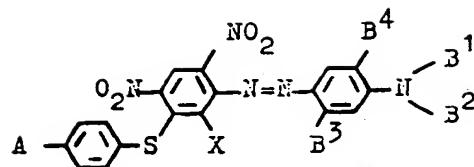
327,9 Teile N,N-Dimethyl-N'-(2,4-dinitro-5-chlorphenyl)-formamidin werden in 1250 Teilen N,N-Dimethylformamid mit 185,3 Teilen Pottasche gemischt. Danach werden bei Raumtemperatur 132,4 Teile Thiophenol zugetropft, es wird 10 Stunden bei Raumtemperatur gerührt, danach 5 Stunden auf 80°C erhitzt, abgekühlt, auf Eiswasser gegossen und abgesaugt. Die Ausbeute beträgt 420 bis 430 Teile Amin, mit einem Schmelzpunkt von 199 bis 201°C.

Die in der Tabelle aufgeführten Farbstoffe wurden analog Beispiel 1 erhalten.

-12-

909818/0550

2748978



Bsp.	A	X	B ¹	B ²	B ³	B ⁴	Farbton auf Polyester
2	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	NHCOCH ₃	H	violett
3	H	H	C ₂ H ₄ OOCCH ₃	C ₂ H ₄ OOCCH ₃	NHCOCH ₃	OCH ₃	blaugrau
4	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN	NHCOCH ₃	OCH ₃	blaugrau
5	H	H	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ CN	H	H	rot
6	CH ₃	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ OH	NHCOCH ₃	H	violett
7	OCH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN	CH ₃	H	bordo
8	NO ₂	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₅	CH ₃	H	bordo
9	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ CN	H	H	rotviolett
10	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ OH	Cl	H	bordo
11	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ OH	CH ₃	H	rotviolett
12	H	H	C ₂ H ₅	C ₃ H ₆ NHCOCH ₃	H	H	violett
13	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₅	H	H	bordo
14	CH ₃	H	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ OH	H	H	bordo
15	OCH ₃	H	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ OOCCH ₃	H	H	bordo
16	H	H	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ CN	CH ₃	H	bordo
17	CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ Cl	H	H	bordo
18	CH ₃ O	H	CH ₃	C ₂ H ₄ CO ₂ CH ₃	Cl	H	bordo
19	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ OH	H	H	rotviolett
20	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ CO ₂ CH ₃	H	H	bordo

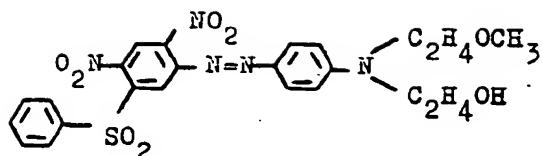
2748978

Bsp.	A	X	B ¹	B ²	B ³	B ⁴	Farbton auf Polyester
21	H	H	C ₂ H ₄ CO ₂ CH ₃	C ₂ H ₅	H	H	bordo
22	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ CN	H	H	bordo
23	NO ₂	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ OCH ₃	H	H	rotviolett
24	H	H	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	H	H	rot
25	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	H	H	bordo
26	H	H	CH ₃	CH ₃	H	H	bordo
27	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ OH	NHCOCH ₃	OCH ₃	blaugrau
28	H	H	CH ₂ -CH=CH ₂	CH ₂ -CH=CH ₂	NHCOCH ₃	H	blauviolett
29	H	H	CH ₂ -CH=CH ₂	C ₂ H ₄ CN	CH ₃	H	bordo
30	H	H	CH ₂ -CH=CH ₂	C ₂ H ₅	H	H	bordo
31	H	H	CH ₂ -CH=CH ₂	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	H	H	bordo
32	H	H	CH ₂ -CH=CH ₂	C ₂ H ₅	Cl	H	rotviolett
33	H	H	CH ₂ -C≡CH	C ₂ H ₄ CN	H	H	rot
34	H	H	CH ₂ -C≡CH	CH ₂ -C≡CH	CH ₃	H	bordo

909818/0550

2748978

Beispiel 35



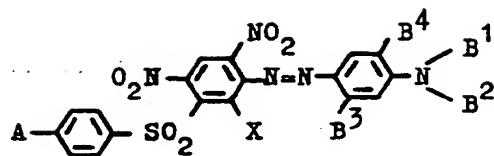
8,1 Teile 5-Phenylsulfonyl-2,4-dinitroanilin werden bei Raumtemperatur in 50,0 Teile Eisessig/Propionsäure (17:3) eingetragen, nach dem Abkühlen auf 0°C mit 8,0 Teilen 45%iger Nitrosylschwefelsäure bei 0 bis 5°C diazotiert und 4 Stunden nachgerührt. Die so erhaltene Lösung wird zu 12,8 Teilen N-β-Methoxyäthyl-N-β-hydroxyäthyl-anilin in 50 Teilen Wasser, 20 Teilen einer 50%igen Salzsäure und 250 Teilen Eis gegeben. Nach etwa 6 Stunden ist die Kupplung beendet. Der gebildete Farbstoff wird abgesaugt, neutral gewaschen und getrocknet. Man erhält ein dunkles Pulver, das Polyester in rotstichig blauen Tönen färbt.

2,4-Dinitro-5-phenylsulfonyl-anilin

50 Teile 2,4-Dinitro-5-phenylmercapto-anilin (s. Beispiel 1) werden in 300 Teilen Eisessig bei Raumtemperatur mit 43 Teilen 30%igem Wasserstoffperoxid versetzt. Danach wird 8 Stunden bei 60°C gerührt, abgekühlt und abgesaugt. Man erhält 32 Teile des Sulfons mit einem Schmelzpunkt von 106 bis 109°C.

Die in der folgenden Tabelle gekennzeichneten Farbstoffe wurden entsprechend Beispiel 35 hergestellt:

2748978



Bsp.	A	X	B ¹	B ²	B ³	B ⁴	Farbton auf Polyester-material
36	H	H	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ OCH ₃	H	H	marineblau
37	H	H	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ CN	CH ₃	H	blauviolett
38	H	H	C ₂ H ₅	C ₃ H ₆ NHCOCH ₃	CH ₃	H	marineblau
39	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ Cl	H	H	rotviolett
40	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ OH	CH ₃	H	dunkelblau
41	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₅	H	H	violett
42	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ OH	Cl	H	rotviolett
43	H	H	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ OH	H	H	violett
44	H	H	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₅	H	H	violett
45	H	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ OH	NHCOCH ₃	H	blau
46	CH ₃ O	H	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ CO ₂ CH ₃	H	H	violett
47	CH ₃	H	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ CN	H	H	violett
48	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN	H	H	rotviolett
49	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	NHCOCH ₃	H	blau
50	H	H	C ₂ H ₄ OOCCH ₃	C ₂ H ₄ OOCCH ₃	NHCOCH ₃	OCH ₃	türkis

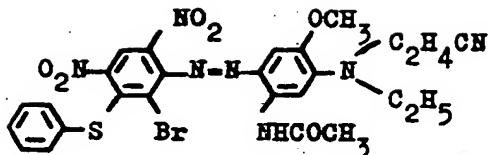
-16-

909818/0550

2748978

Bsp.	A	X	B ¹	B ²	B ³	B ⁴	Farbton auf Polyester-material
51	H	H	CH ₂ -CH=CH ₂	CH ₂ -CH=CH ₂	H	H	rotviolett
52	CH ₃	H	CH ₂ -CH=CH ₂	CH ₂ -CH=CH ₂	NHCOC ₂ H ₅	H	blauviolett
53	H	H	CH ₂ -CH=CH ₂	C ₂ H ₅	CH ₃	H	violett
54	H	H	CH ₂ -CH=CH ₂	C ₂ H ₄ CN	H	H	rubin
55	H	H	CH ₂ -C≡CH	C ₂ H ₄ OH	H	H	bordo
56	H	H	CH ₂ -C≡CH	C ₂ H ₅	H	H	rotviolett

Beispiel 57

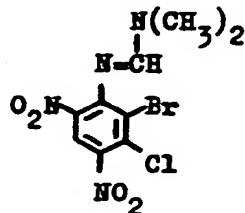


37,0 Teile 5-Phenylthio-6-brom-2,4-dinitranilin werden bei Raumtemperatur in 200 Teile Eisessig/Propionsäure (17:3) eingetragen, bei 5 bis 10°C langsam mit 30,0 Teilen Nitrosylschwefelsäure (45 %ig) versetzt und 4 Stunden bei 0 bis 5°C nachgerührt. Die so erhaltene

Diazolösung tropft man zu einer Lösung aus 23,6 Teilen 4-Methoxy-3-N-8-cyanäthyl-N-äthylamino-acetanilid, 200 Teilen Wasser, 40 Teilen einer 36 %igen Salzsäure und 800 Teilen Eis. Durch Zufügen von 400 Teilen einer 15 %igen Natriumacetatlösung wird die Kupplung vervollständigt. Der gebildete Farbstoff wird abgesaugt, neutral gewaschen und getrocknet. Man erhält ein dunkles Pulver, das Polyesterfasern in marineblauen Tönen echt färbt.

Herstellung der Diazokomponente:

Herstellung von N-Dimethyl-N'-(6-brom-5-chlor-2,4-dinitrophenyl)-formamidin



211,8 g N,N-Dimethyl-N'-(5-chlor-2,4-dinitrophenyl)-formamidin

(s. Beispiel 1) werden in 600 Teilen Eisessig bei 100°C mit 136,8 Teilen Brom versetzt. Nach Zugabe des Broms wird noch 5 Stunden unter Rückfluß zum Sieden erhitzt, danach kalt abgesaugt. Der weiße Rückstand wird in 11 %iger Sodalösung angerührt. Nach dem Freisetzen des Amidins erhält man die gelbe Verbindung obiger Struktur mit einem Schmelzpunkt von 116 bis 118°C.

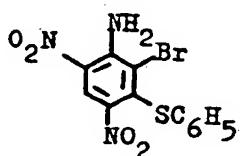
Cl_{ber}: 10,09 %

Cl_{gef}: 10,0 %

Br_{ber}: 21,90 %

Br_{gef}: 22,5 %

Herstellung von 6-Brom-2,4-dinitro-5-thiophenylanilin



191,5 Teile N,N-Dimethyl-N'-(6-brom-5-chlor-2,4-dinitro-phenyl)-formamidin werden in 600 Teilen N,N-Dimethylformamid gelöst und mit 75,2 Teilen gemahlener Pottasche versetzt. Bei Raumtemperatur werden dann 60 Teile Thiophenol zugetropft, wobei die Temperatur auf 60°C ansteigt. Nach der Zugabe des Thiophenols wird noch 2 Stunden bei 120 bis 125°C gerührt, dann auf Wasser gegossen und mit Essigester extrahiert. Der Essigesterextrakt wird mit Na₂SO₄ getrocknet und eingeengt. Das erhaltenen Öl wird mit der 10-fachen Menge 20 %iger Schwefelsäure 3 Stunden zum Sieden unter Rückfluß erhitzt, abgekühlt, die überstehende Säure

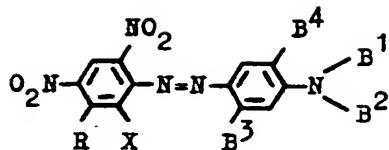
abdekantiert und das zurückgebliebene Öl mit der 3 bis 4-fachen Menge Methanol 2 Stunden bei 50°C gerührt, wobei Kristallisation eintritt. Man erhält auf diese Weise 105 Teile obiger Verbindung mit einem Schmelzpunkt von 138 bis 140°C.

Br_{ber.}: 21,6 %

Br_{gef}: 21,4 %.

In der folgenden Tabelle sind weitere Farbstoffe aufgeführt, die analog Beispiel 57 erhalten wurden:

2748978

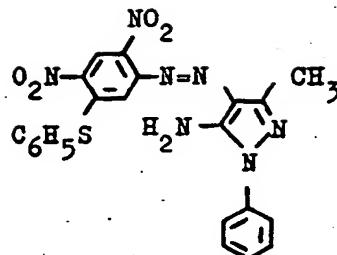


Bsp.	R	X	B ¹	B ²	B ³	B ⁴	Farbton auf Polyester	
58		S-	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	NHCOCH ₃	OCH ₃	dunkelblau
59		S-	Br	C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ CN	NHCOCH ₃	OCH ₃	dunkelblau
60		S-	Br	CH ₂ -CH=CH ₂	C ₂ H ₄ CN	NHCOCH ₃	OCH ₃	dunkelblau
61		S-	Cl	C ₅ H ₁₁	C ₂ H ₄ CN	NHCOCH ₃	OCH ₃	dunkelblau
62		S	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	NHCOCH ₃	H	dunkelblau
63		Br		C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	NHCOCH ₃	OCH ₃	blau
64		Cl		C ₂ H ₄ OH	C ₂ H ₄ CN	NHCOCH ₃	OCH ₃	blau
65		Br		CH ₂ -CH=CH ₂	C ₂ H ₄ CN	NHCOCH ₃	OCH ₃	blau
66		Br		C ₅ H ₁₁	C ₂ H ₄ CN	NHCOCH ₃	OCH ₃	blau
67		Cl		C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	NHCOCH ₃	H	blau
68		CN		C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	NHCOCH ₃	H	blau
69		CN		C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ OH	NHCOCH ₃	OCH ₃	blau

Bsp.	R	X	B ¹	B ²	B ³	B ⁴	Farbton auf Polyester
70		Cl	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	NHCOCH ₃	OC ₂ H ₅	marineblau
71		Br	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	NHCOC ₂ H ₅	OCH ₃	"
72		Cl	CH ₂ -CH=CH ₂	CH ₂ -CH=CH ₂	NHCOCH ₃	OCH ₃	"
73		Cl	CH ₂ -C≡CH	CH ₂ -C≡CH	NHCOCH ₃	OC ₂ H ₅	"
74		Br	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	NHCOCH ₃	OC ₂ H ₅	"
75		Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	NHCOC ₂ H ₅	OCH ₃	"

2748978

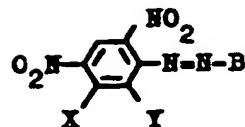
Beispiel 76



14,6 Teile 5-Phenylthio-2,4-dinitranilin werden bei Raumtemperatur in 100 Teile Eisessig/Propionsäure (17:3) eingetragen, mit 15,0 Teilen Nitrosylschwefelsäure (45 proz.) bei 0 - 5 °C diazotiert und nach 4 Stunden zu der Lösung aus 8,7 Teilen 1-Phenyl-3-methyl-5-amino-pyrazol, 40,0 Teilen Eisessig und 500 Teilen Eis gegeben. Nach beendeter Kupplung wird der gebildete Farbstoff abgesaugt, mit Wasser neutral gewaschen und getrocknet.

Das braungefärbte Pulver eignet sich zum Färben und Bedrucken von Polyestergewebe, das in roten Tönen echt gefärbt wird.

Die in der Tabelle aufgeführten Farbstoffe wurden analog Beispiel 76 hergestellt:



Bsp.	X	Y	8	Farbton auf Polyester
77		H		rotstichig gelb
78		Cl	"	rotstichig gelb
79		Br	"	rotstichig gelb
80		CN	"	orange
81		H	"	rotstichig gelb
82		Cl	"	rotstichig gelb
83		Br	"	rotstichig gelb
84		CN	"	orange

2748978

Bsp.	X	Y	B	Farbton auf Polyester
85		H		gelb
86		Cl	"	rotstichig gelb
87		Br	"	rotstichig gelb
88		CN	"	orange
89		H	"	rotstichig gelb
90		Cl	"	rotstichig gelb
91		Br	"	rotstichig gelb
92		CN	"	orange
93		H		gelb
94		Cl	"	gelb
95		Br	"	gelb

2748978

Bsp.	X	Y	B	Farbton auf Polyester
96		CN		rotstichig gelb
97		H	"	rotstichig gelb
98		Cl	"	rotstichig gelb
99		Br	"	rotstichig gelb
100		CN	"	orange
101		H		gelb
102		Cl	"	gelb
103		Br	"	gelb
104		CN	"	rotstichig gelb
105		H	"	gelb
106		Cl	"	rotstichig gelb
107		Br	"	rotstichig gelb
108		CN	"	rotstichig gelb

909818/0550

2748978

BASF Aktiengesellschaft

909818/0550

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.